

Pengaruh Stabilisator Terhadap Ukuran, Morfologi, dan Fotoluminesensi Nanopartikel Seng Oksida yang Disintesis dengan Metode Sol-Gel

Rizchi Aulia Utami*, Astuti, Muldarisnur

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika,
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163

*rizchiauliautami@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh stabilisator terhadap ukuran, morfologi dan fotoluminesensi nanopartikel ZnO yang disintesis dengan metode sol-gel. Stabilisator yang digunakan adalah polietilen glikol (PEG), polivinil alkohol (PVA), dan polivinil pirolidin (PVP). Nanopartikel ZnO dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal, SEM untuk melihat morfologi permukaan dan ukuran partikel, dan laser Nd:YAG untuk mengukur intensitas luminesensinya. Ukuran kristal ZnO tanpa stabilisator, ZnO ditambahkan PEG, ditambahkan PVA adalah 32,7 nm, sedangkan yang ditambahkan PVP adalah 38,5 nm. Struktur kristal dari semua sampel ZnO adalah heksagonal. Citra SEM memperlihatkan bahan ZnO tanpa penambahan stabilisator memiliki ukuran partikel yang tidak seragam dan beraglomerasi, sedangkan untuk ZnO yang disintesis dengan penambahan stabilisator ukuran partikelnya lebih seragam dan aglomerasinya berkurang. ZnO yang memiliki intensitas luminesensi paling kuat secara berturut-turut yaitu ZnO ditambahkan PEG, ZnO tanpa penambahan stabilisator, dengan penambahan PVA, dan penambahan PVP. Intensitas puncak spektrum luminesensi tersebut terletak pada panjang gelombang 638,27 nm, 620,63 nm, 586,60 nm, dan 596,15 nm.

Kata kunci: Intensitas luminisen, fotoluminesensi, stabilisator, aglomerasi, ZnO.

ABSTRACT

The effects of stabilizers on the size, the morphology and the photoluminescence of ZnO nanoparticles synthesized by sol-gel method have been investigated. Polyethylene glycol (PEG), polyvinyl alcohol (PVA), and polyvinyl pyrrolidine (PVP) were used as stabilizers during particle synthesis. ZnO samples were characterized using XRD to determine the structure and the size of the crystals, SEM to see surface morphology and particle size, and Nd: YAG lasers to measure luminescence intensity. The crystal sizes of ZnO without stabilizers, ZnO with PEG, with PVA are 32,7 nm, whereas ZnO with PVP is 38,5 nm. The crystal structure of all ZnO samples is hexagonal. The SEM images show that ZnO without the addition of a stabilizer has a non-uniform size and agglomerated particle, whereas for ZnO addition of a stabilizer shows quite uniform particle size and much reduced agglomeration. The strongest luminescence intensity is obtained for ZnO with PEG, ZnO without stabilizer, with PVA, and with PVP. Respectively, the peaks of luminescence intensity lies at the wavelength of 638.27 nm, 620.63 nm, 586.60 nm, and 596.15 nm.

Keywords: Luminescence intensity, photoluminescence, stabilizer, agglomeration, ZnO.

I. PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan material yang memiliki ukuran berkisar antara 1 hingga 100 nanometer (Abdullah, 2009). Nanopartikel banyak diteliti karena memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dibandingkan dengan material berukuran besar. Salah satu material nanopartikel yang banyak digunakan saat ini adalah seng oksida (ZnO). ZnO merupakan material semikonduktor II-VI dengan struktur wurtzite yang stabil. Material ZnO memiliki celah pita energi 3,4 eV, dimana besar nilai ini kurang sesuai jika diaplikasikan pada cahaya tampak. Besar celah pita energi agar dapat diaplikasikan pada daerah cahaya tampak adalah dalam rentang 1,65 eV hingga 3,27 eV. Sifat dari ZnO ini dapat dioptimalkan dengan melakukan pendopingan misalnya dengan litium (Li) yang bertujuan untuk menurunkan celah pita energinya.

Koloid ZnO mudah teraglomerasi sehingga ukuran partikelnya cenderung tidak seragam. Penambahan stabilisator dapat menghasilkan ukuran partikel yang homogen sehingga intensitas luminesensi partikel ZnO menjadi lebih kuat. Beberapa stabilisator yang pernah digunakan adalah pelapisan menggunakan silika dan surfaktan seperti polietilen glikol (PEG), polivinil alkohol (PVA) dan polivinil pirolidin (PVP). Pelapisan dengan silika jarang dilakukan

karena dapat mengubah morfologi permukaan dan ukuran partikelnya (Axe dan Xu, 2005). Tshabalala dkk. (2012) telah mensintesis nanopartikel ZnO menggunakan polietilen glikol (PEG). Penambahan PEG dapat mencegah aglomerasi partikel ZnO sehingga menghasilkan partikel dengan ukuran seragam (monodispersi). Seragih dkk. (2013) meneliti pengaruh penambahan polivinil pirolidin (PVP) sebagai penstabil sehingga menghasilkan nanopartikel ZnO monodispersi dan mencegah terjadinya aglomerasi. Astuti dkk. (2009) menggunakan polivinil alkohol (PVA) pada sintesis nanopartikel $Y_2O_3:Eu$ (Yttria) sebagai penstabil, dimana penelitiannya menghasilkan berkurangnya pengendapan partikel dan menghambat terjadinya aglomerasi.

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nanopartikel ZnO dengan menggunakan metode sol-gel untuk melihat pengaruh penambahan stabilisator PEG, PVP, PVA terhadap ukuran partikel, morfologi permukaan dan intensitas luminesensi sampel ZnO yang di-doping litium karbonat (Li_2CO_3). Sintesis dilakukan menggunakan metode sol-gel karena metodenya relatif sederhana, tidak membutuhkan peralatan yang kompleks dan juga tidak memerlukan pengkondisian yang rumit seperti vakum, sterilisasi, suhu yang sangat tinggi atau sangat rendah.

II. METODE

2.1 Sintesis Nanopartikel ZnO

Bahan dasar *zinc acetate dehydrate* (ZnAc) sebanyak 1 g dilarutkan ke dalam 42 ml etanol, setelah itu dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* pada suhu 65 °C selama 30 menit. Penstabil (PEG dan PVA) sebanyak 0,1 g ditambahkan ke dalam larutan yang dihasilkan sebelumnya dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 50 °C selama 1 jam. Penstabil PVA tidak dapat larut dalam etanol, oleh sebab itu PVA dilarutkan terlebih dahulu menggunakan aquades. PVA dilarutkan dengan aquades menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit. Partikelnya dipecah lebih lanjut menggunakan *ultrasonic bath* selama 7 menit. Setelah PVA larut barulah ditambahkan ke dalam larutan yang dihasilkan sebelumnya.

Selanjutnya secara terpisah, sebanyak 0,28 g bahan $LiOH:H_2O$ yang digunakan sebagai agen hidrolisis dicampur dengan 23 ml etanol. Larutan $LiOH:H_2O$ dan etanol di dalam gelas ukur diultrasonikasi menggunakan *ultrasonic bath* selama 16 menit pada suhu kamar. Dan setelah itu dilakukan pendopingan dengan menambahkan 0,0334 g Li_2CO_3 ke dalam kedua larutan di atas yang sudah dicampurkan. Larutan yang dihasilkan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 65 °C sehingga didapatkan larutan homogen yang berwarna putih susu. Larutan yang sudah berbentuk sol ini kemudian di-*ageing* (dimatangkan) selama satu hari. Untuk mendapatkan ZnO dalam bentuk gel, sol disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 4000 rpm menggunakan *centrifuge*. Gel ZnO yang dihasilkan ditempatkan di bawah sinar UV untuk melihat pancaran cahaya luminesensinya. ZnO dalam bentuk gel dikeringkan pada suhu 140 °C selama 1 jam untuk memperoleh serbuk ZnO. Sampel yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD, SEM dan laser Nd:YAG.

2.2 Karakterisasi

2.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Data XRD berupa difraktogram dianalisis dan dibandingkan dengan data pola difraksi ICDD (*International Center for Diffraction Database*) dalam *Powder Diffraction File* (PDF). Ukuran kristal dari sampel ZnO akan dihitung dari difraktogram dengan menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 1.

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

dengan D adalah ukuran butir kristal, λ adalah panjang gelombang yaitu sebesar 1,544059 Å, B adalah lebar puncak setengah maksimum (FWHM) masing-masing puncak, dan θ adalah sudut difraksi.

2.2.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Citra (gambar) dari pengamatan SEM menunjukkan morfologi permukaan sampel ZnO. Citra SEM memperlihatkan susunan partikel ZnO apakah seragam (homogen) atau teraglomerasi. Hasil citra SEM juga dapat menunjukkan besar ukuran partikel sampel dengan cara melakukan pengukuran bar skalanya. Citra SEM memiliki bar skala yang panjangnya sudah ditentukan. Agar pengukuran dapat dilakukan dengan teliti maka citra SEM difotokopi perbesar, lalu dilakukan pengukuran pada gambar hasil fotokopi. Hasil pengukuran diameter beberapa partikel kemudian dibuatkan dalam tabel berupa ukuran diameter dan jumlah partikel. Data dari tabel kemudian dilakukan fitting diagram menggunakan fungsi log-normal.

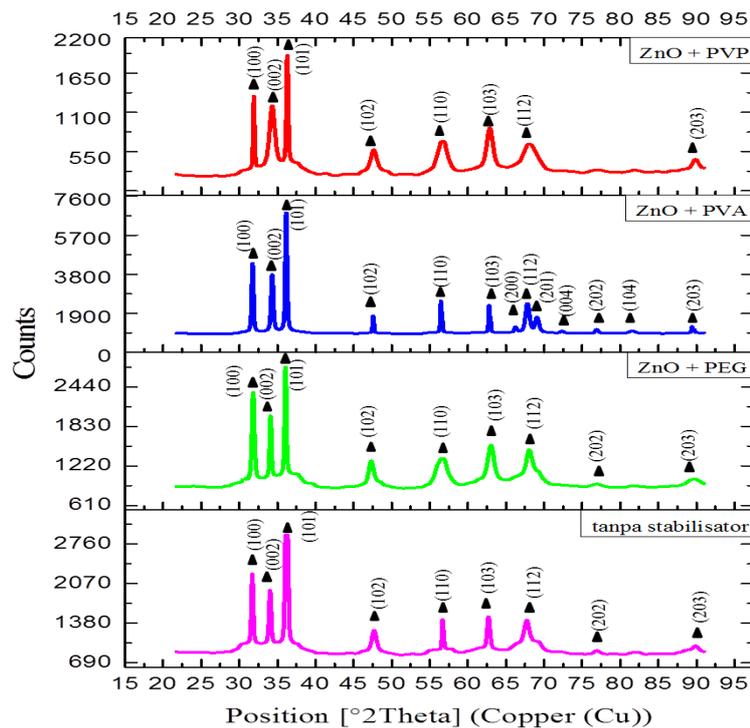
2.2.3 Laser Nd:YAG

Untuk mengukur luminesensinya, laser Nd:YAG ditembakkan ke permukaan sampel yang berbentuk serbuk. Hasil karakterisasinya berupa data panjang gelombang yang dipancarkan oleh laser dan intensitas luminesensi sampel.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis XRD (X-Ray Diffraction)

Pola difraksi XRD partikel ZnO dibandingkan dengan pola difraksi standar yang terdapat pada data *International Center for Diffraction Database (ICDD)*. Sampel hasil karakterisasi XRD yang dianalisis adalah ZnO tanpa stabilisator, ZnO yang ditambahkan polietilen glikol, ZnO yang ditambahkan polivinil alkohol, dan ZnO yang ditambahkan polivinil pirolidin. Pola XRD sampel ZnO ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Pola XRD sampel ZnO tanpa stabilisator dan yang ditambahkan stabilisator (PEG, PVA, dan PVP).

Berdasarkan Gambar 1 pola XRD ZnO tanpa stabilisator memiliki puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 36,05^\circ$. Puncak-puncak hasil difraksi menunjukkan struktur yang terbentuk adalah zincite dan memiliki sistem kristal heksagonal. Hal ini sesuai dengan data ICDD dengan kode referensi 01-071-3830. Ukuran kristal ZnO tanpa stabilisator yang terbentuk adalah 32,7 nm.

Selanjutnya pola XRD sampel ZnO yang disintesis dengan penambahan stabilisator polietilen glikol memiliki puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 36,04^\circ$. Puncak-puncak XRD tersebut menunjukkan struktur ZnO yang terbentuk juga *zincite* dengan sistem kristal heksagonal. Hal ini sesuai dengan data ICDD dengan kode referensi 00-005-0664. Ukuran kristal ZnO yang dihasilkan dari persamaan Scherrer adalah 32,7 nm. Sampel ZnO yang ditambahkan polietilen glikol menghasilkan ukuran kristal yang sama dengan sampel ZnO tanpa stabilisator.

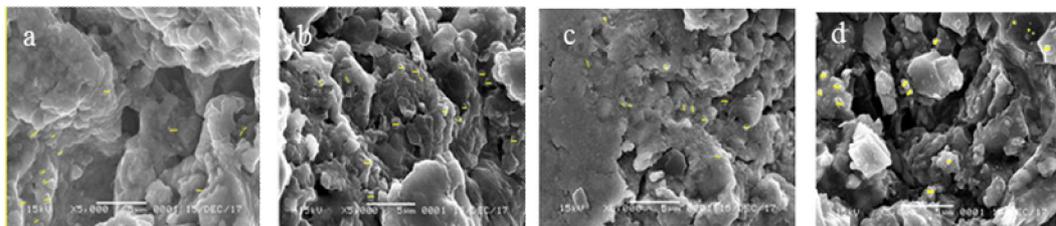
Pola XRD ZnO yang ditambahkan stabilisator polivinil alkohol dengan puncak tertinggi berada pada sudut $2\theta = 36,13^\circ$. Puncak-puncak XRD tersebut menunjukkan struktur yang terbentuk juga *zincite* dengan sistem kristal heksagonal. Hasil ini sesuai dengan data ICDD dengan kode referensi 01-079-0207. Ukuran kristal yang terbentuk adalah 32,7 nm.

ZnO yang disintesis dengan penambahan stabilisator polivinil pirolidin memiliki puncak tertinggi XRD pada sudut $2\theta = 36,27^\circ$. Struktur yang terbentuk dari puncak tersebut juga *zincite* dengan sistem kristalnya heksagonal. Hasil ini sesuai dengan data ICDD dengan kode referensi 01-073-8765. Ukuran kristal yang terbentuk oleh sampel ZnO yang ditambahkan PVP adalah 38,5 nm.

Dari hasil tersebut dapat dikatakan dengan penambahan PEG dan PVA tidak merubah ukuran kristalnya. Hal ini karena PEG dan PVA hanya sebagai penstabil untuk mengurangi aglomerasinya saja, sehingga tidak mempengaruhi ukuran kristalnya. ZnO dengan penambahan stabilisator PVP memiliki kelemahan yaitu ukuran kristal yang dihasilkan paling besar dibandingkan dengan ukuran kristal ZnO hasil sintesis lainnya. ZnO yang memiliki ukuran kristal besar menghasilkan intensitas luminesensi lemah.

3.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis sampel ZnO menggunakan SEM dilakukan untuk melihat morfologi permukaan dan ukuran partikelnya. Perbesaran SEM yang digunakan adalah 5000 x. Morfologi permukaan SEM untuk ZnO yang disintesis tanpa stabilisator dan ZnO yang ditambahkan stabilisator (PEG, PVA, PVP) ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2 Hasil SEM sampel ZnO: a. tanpa stabilisator, b. ditambahkan stabilisator PEG, c. ditambahkan stabilisator PVA, d. ditambahkan stabilisator PVP

Gambar 2.a memperlihatkan morfologi partikel ZnO yang menggumpal dan ukuran partikel yang tidak homogen. Hal ini disebabkan karena kelemahan dari koloid ZnO yang mudah menggumpal (aglomerasi) kembali sehingga ukuran partikel menjadi semakin besar dan tidak stabil.

Gambar 2.b memperlihatkan morfologi partikel ZnO hasil sintesis yang ditambahkan PEG tidak terlalu beraglomerasi jika dibandingkan ZnO tanpa stabilisator dan juga ukuran partikelnya agak merata. Polietilen glikol disini sebagai koloid pelindung, dimana koloid pelindung ini akan berikatan dan menyelubungi permukaan dari partikel sehingga mencegah terjadinya ikatan antar partikel (Astuti, 2009).

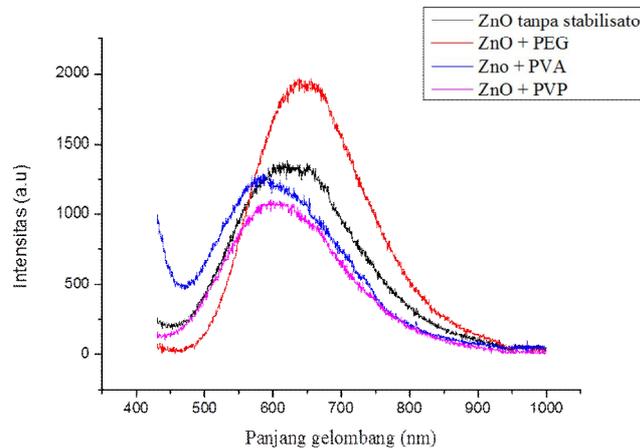
Gambar 2.c memperlihatkan morfologi partikel ZnO yang dihasilkan menggunakan PVA. Partikel yang dihasilkan masih ada sebagian berbentuk bungkahan (*bulk*). Ukuran partikel dari sampel ini dapat dikatakan belum merata tetapi dengan penambahan stabilisator PVA ini mengurangi sedikit aglomerasi pada ZnO.

Berdasarkan Gambar 2.d memperlihatkan morfologi partikel ZnO yang ditambahkan PVP dimana pengendapan (aglomerasi) partikel berkurang dan ukuran partikelnya agak merata.

Dari ketiga penambahan stabilisator pada ZnO memperlihatkan bahwa PEG, PVA dan PVP dapat mengurangi pengendapan (aglomerasi) partikel.

3.3 Analisis Laser Nd:YAG

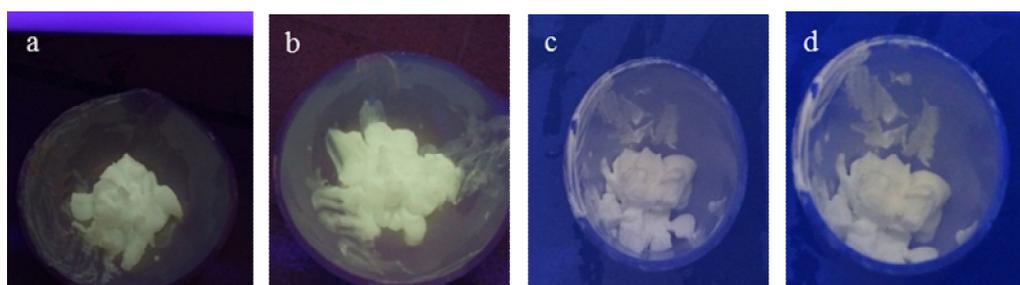
Berdasarkan hasil karakterisasi laser Nd:YAG diperoleh data panjang gelombang laser dan intensitas luminesensi dari sampel yang kemudian diplot seperti terlihat pada Gambar 3. Panjang gelombang laser yang digunakan adalah 430,42 nm - 999,71 nm.



Gambar 3 Kurva hubungan intensitas luminesensi terhadap panjang gelombang

Gambar 3 memperlihatkan bahwa posisi awal naik spektrum fotoluminesensi dari kurva terjadi pada panjang gelombang sekitar 500 nm. Posisi awal naiknya tersebut menunjukkan adanya eksitasi elektron. Eksitasi elektron menunjukkan energi yang diserap oleh ZnO terhadap energi foton yang melewatinya.

Dari kurva tersebut juga menunjukkan puncak intensitas luminesensi paling tinggi adalah pada sintesis ZnO yang ditambahkan PEG. Puncak tertinggi tersebut terjadi pada panjang gelombang 638,27 nm dengan intensitas luminesensi 1967 a.u. Penambahan stabilisator PEG menghasilkan ukuran partikel ZnO yang agak merata seperti yang ditunjukkan hasil citra SEM sehingga bisa menghasilkan intensitas luminesensi yang kuat. Puncak intensitas luminesensi tertinggi selanjutnya adalah sintesis ZnO tanpa stabilisator yang memiliki panjang gelombang 620,63 nm dengan intensitas luminesensi 1391 a.u. ZnO yang ditambahkan stabilisator PVA memiliki puncak intensitas tertinggi pada panjang gelombang 586,60 nm dengan intensitas luminesensi 1287 a.u. ZnO yang ditambahkan PVP memiliki intensitas puncak tertinggi pada panjang gelombang 596,15 nm dengan intensitas luminesensi 1109 a.u. Hal ini mungkin disebabkan karena penambahan PVP menghasilkan ukuran partikel yang berubah menjadi semakin besar yang dibandingkan dengan ZnO tanpa penambahan stabilisator. Rodnyi dan Khodyuk (2012) menyatakan bahwa intensitas luminesensi meningkat seiring dengan mengecilnya ukuran partikel. Ukuran partikel yang kecil menghasilkan celah pita energi yang lebar sehingga semakin besar pula intensitas luminesensi yang dipancarkan. Pada Gambar 3 terlihat adanya pergeseran-pergeseran puncak intensitas luminesensi, ini dipengaruhi oleh adanya perbedaan keadaan molekul-molekulnya ketika diiluminasi foton (Jumardin, 2017).



Gambar 4 Cahaya luminisen sampel: a. ZnO tanpa stabilisator, b. ZnO ditambahkan PEG, c. ZnO ditambahkan PVA, d. ZnO ditambahkan PVP

Berdasarkan pengamatan terhadap sampel ZnO setelah diberi cahaya lampu UV, sampel ZnO yang ditambahkan stabilisator PEG menghasilkan cahaya luminesen yang lebih terang. Hal ini disebabkan banyaknya elektron mengalami eksitasi karena mengabsorpsi cahaya sehingga pancaran luminesen yang dihasilkannya juga semakin kuat pada saat elektron mengalami rekombinasi.

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal ZnO tanpa stabilisator, ditambahkan PEG dan ditambahkan PVA adalah 32,7 nm, sedangkan ZnO ditambahkan PVP adalah 38,5 nm. ZnO ditambahkan PVP memiliki kelemahan yaitu menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar dibandingkan dengan penambahan PEG dan PVA. ZnO yang memiliki ukuran kristal besar menghasilkan intensitas luminesensi lemah. Sistem dan struktur kristal hasil sintesis ZnO menggunakan stabilisator maupun tanpa stabilisator adalah heksagonal dan zincite. Sintesis ZnO yang ditambahkan stabilisator (PEG, PVA, PVP) rata-rata mengurangi aglomerasi pada morfologi permukaannya. ZnO yang ditambahkan stabilisator PEG menghasilkan intensitas luminesensi tertinggi yaitu 1967 a.u. pada panjang gelombang 638,27 nm. Intensitas luminesensi yang tinggi menandakan banyaknya terjadi transisi elektron pada saat elektron berekombinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., *Pengantar Nanosains* (ITB, Bandung, 2009), hal 1.
- Astuti., Abdullah, M. dan Khairurrijal, "Sintesis Nanopartikel $Y_2O_3:Eu$ (Yttria) yang Didispersikan dalam Larutan Polivinil Alkohol Sebagai Tinta Luminesens", *Jurnal Nanosains & Teknologi. Edisi Khusus ISSN*, 61-66 (2009).
- Jumardin, "Sintesis Nanopartikel Karbon (C-Dot) dengan Metode Ablasi Laser untuk Aplikasi Bio-Imaging", Tesis, Institut Pertanian Bogor, 2017.
- Rodnyi, P.A. dan Khodyuk, I.V., "Optical and Luminescence Properties of Zinc Oxide", *Journal Optics and Spectroscopy*. **5**, 776-785 (2012).
- Seragih H., Ricky D.R dan Limbong A., "Penggunaan Ruang Reaksi Berbentuk Tabung Berdiameter 500 μ m untuk Menumbuhkan Nanopartikel ZnO Berdispersi Tunggal", *Jurnal Matematika & Sains*. **2**, 49-56 (2013).
- Tshabalala, M.A., Dejene, B.F. dan Swart, H.C., "Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles Using Polyethylene Glycol (PEG)", *Physica B: Condensed Matter Journal*. **10**, 1668-1671 (2012).